

ICP - AES法测定松香甘油酯中 金属离子含量

谭沛^{1,2}, 陈小鹏^{1,*}, 石建荣³, 翟卢琼¹, 韦小杰¹

(1.广西大学化学化工学院,广西南宁 530004; 2.广西工业职业技术学院,
石油与化学工程系,广西南宁 530001; 3.广西华梯化工有限公司,广西南宁 530221)

摘要:采用干法灰化处理松香甘油酯样品,以 ICP - AES 法测定其中 Fe、Al、Zn、Cu、Pb、Ni 六种金属离子的含量。最佳测定条件为:射频功率 1300W,雾化器流量 0.70L/min,试样提升量 2.00mL/min,辅助气流量 0.20L/min,等离子体流量 15L/min。方法检出限为 0.0002~0.006mg/L,回收率为 90.81%~102.92%,相对标准偏差均小于 1.05%。此法简便、快速、灵敏度高、准确性好、对环境污染小,可多元素同时测定。

关键词: ICP-AES, 松香甘油酯, 金属离子

Determination of metal ion content in the rosin glyceride by ICP—AES

TAN Pei^{1,2}, CHEN Xiao-peng^{1,*}, SHI Jian-rong³, ZHAI Lu-qiong¹, WEI Xiao-jie¹

(1.School of Chemistry and Chemical-Engineering, Guangxi University, Nanning 530004, China;
2.Department of Petrochemical Engineering, Guangxi Vocational Technical Institute of Industry, Nanning 530001, China;
3.China Antimony Chemicals Co., Ltd., Nanning 530221, China)

Abstract: The contents of trace elements of Fe, Al, Zn, Cu, Pb and Ni in the rosin glyceride were determined by ICP—AES, and the sample was pretreated by the dry ashing method. The optimal conditions was obtained as follows: RF power 1300W, flow rate of atomizer 0.7L/min, sample uptake 2.00mL/min, flow rate of auxiliary gas 0.20L/min, and plasma flow rate 15L/min. The detection limits were 0.0002~0.006mg/L, and the recovery rates were 90.81%~102.92%, the precision was less than 1.05%. This method proved to be simple, rapid, accurate, less environment contamination, could determine many elements simultaneously.

Key words: ICP - AES; rosin glyceride; metal ion

中图分类号: TS207

文献标识码: A

文章编号: 1002-0306(2008)05-0265-03

松香甘油酯是由松香与甘油酯化而成的深加工产品^[1],分为食品级和工业级两种。食用松香甘油酯主要应用于口香糖、泡泡糖胶基、香烟胶,同时在香精和饮料中作乳化稳定剂,还获准用于畜禽脱毛处理^[2,3];工业松香甘油酯主要用于制造涂料工业(脂胶油漆、清漆、硝基漆)、造纸工业(油墨)、粘合剂(热熔胶、压敏胶、薄膜胶)等。目前,注重食品安全、提倡清洁生产环境友好的产品和尽力避免金属离子危害是全球发展趋势和热点,许多食品都逐步需要进行金属离子含量的检测^[4-6],但食用松香甘油酯相关国家标准^[7,8]中只有重金属(以 Pb 计)的指标,尚未有对松香甘油酯中各种金属离子含量测定的报

道。本文以电感耦合等离子体原子发射光谱(ICP - AES)法^[9]对松香甘油酯中 Fe、Al、Zn、Cu、Pb、Ni 六种杂质元素的同时测定进行了研究,并确定了仪器最佳工作条件,经加标回收实验,测定结果具有较高的准确度,可适于松香甘油酯的日常检验。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

松香甘油酯 某公司;硝酸、盐酸 广东汕头市西陇化工厂,优级纯;超纯水 美国 Barnstead NANOpure Diamond 公司超纯水机制备;氩气 Ar ≥ 99.99%,广西柳州集团钢铁公司气体公司;Fe、Zn、Al、Cu、Pb、Ni 的标准液 均为 1000μg/mL,国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院制备;混合标准溶液将标准储备液用 5% 的盐酸逐级稀释,各元素按 0.00、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00μg/mL 梯度进行配制。

Optima 5300 DV 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 美国 Perkin Elmer 公司;AE240 型电子分析天平 美国 Mettler Toledo 公司;超纯水机 美国

收稿日期:2007-08-22 *通讯联系人

作者简介:谭沛(1973-),女,讲师,硕士研究生,主要从事化学工艺与林产工业分析的教学及科研工作。

基金项目:国家自然科学基金资助项目(30560119);广西青年基金项目(桂科青 0640001);广西自然科学基金资助项目(0575003);广西大学科研基金项目(X061020)。

表1 选定的仪器工作参数

射频功率 (W)	等离子体流量 (L/min)	辅助气流量 (L/min)	雾化器流量 (L/min)	试液提升量 (mL/min)	观测高度 (mm)	积分时间 (s)
1300	15	0.20	0.70	2.00	15	10

表2 各金属元素的分析波长和标准曲线相关系数

元素	Fe	Al	Zn	Cu	Pb	Ni
波长(λ /nm)	238.204	394.401	213.857	324.752	220.353	231.604
相关系数 r	0.999968	0.999975	0.999993	0.999925	0.999972	0.999973

Barnstead NANOpure Diamond 公司;可调电炉 天津市泰斯特仪器有限公司;马弗炉 沈阳市节能电炉厂;所用器皿 均用 10% 硝酸浸泡过夜,用超纯水冲洗 6 次,备用。

1.2 实验方法

1.2.1 样品的制备 准确称取粉碎混匀的松香甘油酯样品 15.0000 ± 0.0001 g,置于坩埚中,在可调电炉上低温炭化至无烟后,在马弗炉中以 750°C 高温灰化。取出稍冷后,放置于电炉上,加入 10mL 盐酸,加热溶解灰分。待溶液冷却完全后,转移至 50mL 容量瓶中,用超纯水定容、摇匀备用,同时做空白。

1.2.2 样品的测定 使用 Optima 5300 DV 电感耦合等离子体原子发射光谱仪,轴向观测,观察位置自动优化。中阶二维色散分光系统,GEM TIPIM 型交叉雾化器,三通道蠕动泵,分段式电感耦合检测器 SCD,40MHz 自激式射频发生器,CFT233 水冷循环系统。样品经过干法灰化处理后,采用 ICP-AES 法测定其中的金属离子含量,重复次数 2 次。通过正交实验考察了射频功率、载气流量、雾化器流量、试液提升量等主要因素对元素测定的影响,选定仪器工作参数如表 1 所示。

2 结果与分析

2.1 分析波长的选择及标准曲线

实验中,每种金属元素选取 2~3 条灵敏度较高的特征波长,对标准溶液和样品进行测定,根据谱线的形状、在波长附近有无干扰、信背比等选择出合适的分析波长,并作出 Fe、Al、Zn、Cu、Pb、Ni 六种金属元素的标准曲线,实验结果如表 2 和图 1~图 6 所示。

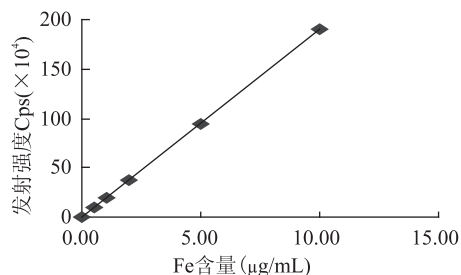


图1 Fe 标准曲线

由表 2 和图 1~图 6 可见,在上述分析波长下,各金属元素标准曲线的相关系数 r 均大于 0.9999,说明标准曲线的线性良好,各元素分析谱线无谱线干扰。

2.2 检出限

检出限的大小可以表明方法的灵敏度和方法的使用范围,实验中测定了六种元素的检出限,方法如下:连续测定 11 次空白溶液(以 5% HCl 作空白),由测定值计算标准偏差(s),将响应信号的 3 倍标准

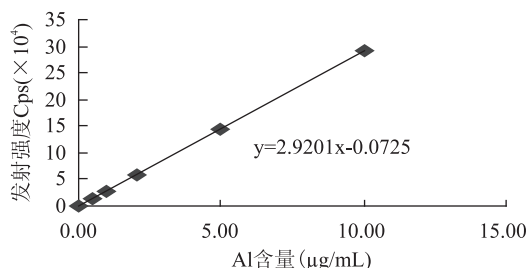


图2 Al 标准曲线

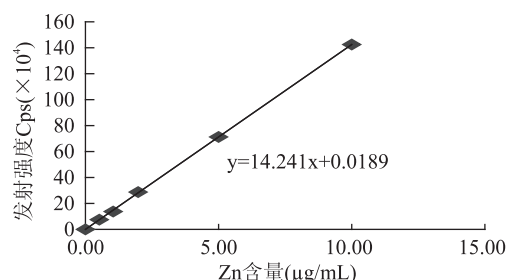


图3 Zn 标准曲线

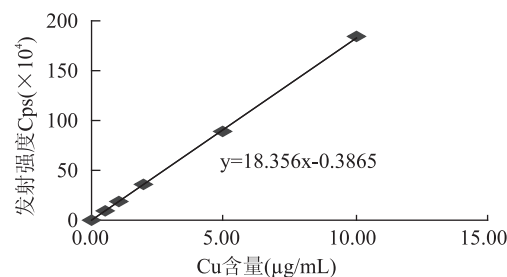


图4 Cu 标准曲线

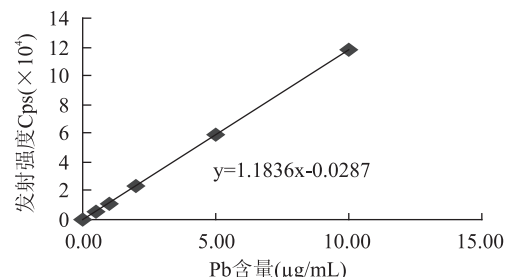


图5 Pb 标准曲线

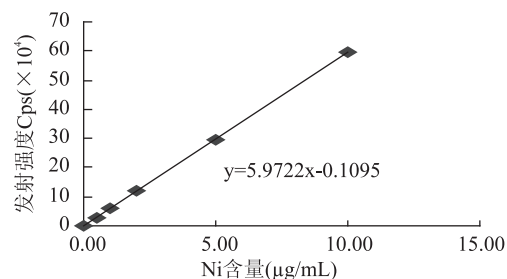


图6 Ni 标准曲线

表3 精密度与检出限

元素	Fe	Al	Zn	Cu	Pb	Ni
标准偏差(s)	0.000082	0.002006	0.000144	0.000285	0.001717	0.000274
相对标准偏差 RSD(%)	0.34	0.70	0.30	2.79	4.18	1.14
检出限($\mu\text{g}/\text{mL}$)	0.000245	0.006018	0.000433	0.000856	0.005152	0.000822
检出限($\times 10^{-6}, \%$)	0.08	2.01	0.14	0.29	1.72	0.27
检出下限($\times 10^{-6}, \%$)	0.27	6.69	0.48	0.95	5.72	0.91

表4 食用松香甘油酯中金属离子含量

元素	Fe	Al	Zn	Cu	Pb	Ni
含量(%)	0.000145	0.000031	0.023440	0.000009	0.000005	0.000001
RSD(%)	5.95	8.30	0.66	13.00	19.44	19.72

表5 工业松香甘油酯中金属离子含量

元素	Fe	Al	Zn	Cu	Pb	Ni
含量(%)	0.000759	0.001035	0.025099	0.000028	0.000050	0.000007
RSD(%)	0.95	0.87	0.39	12.18	17.86	15.65

表6 加标回收实验结果

元素	本底值(mg)	加入量(mg)	测定值(mg)	回收率(%)	RSD(%, n=6)
Fe	0.11385	0.050	0.16311	98.53	0.63
Al	0.15525	0.050	0.20671	102.92	0.88
Zn	3.76485	0.050	3.81595	102.21	0.12
Cu	0.00420	0.050	0.05021	92.02	0.92
Pb	0.00750	0.050	0.05322	91.44	1.05
Ni	0.00105	0.050	0.04645	90.81	0.54

偏差所相应的待测物浓度确定为检出限,以其标准偏差的10倍作测定下限。如果其相对标准偏差(RSD)小于5%,则认为该实验所得到的测定结果符合精密度要求,可靠性大。精密度、检出限测定结果如表3所示。

由表3可见,检出限的相对标准偏差(RSD)均小于4.18%,说明对以上金属元素的测量有较高的精密度。

2.3 测定结果

将干法灰化后的松香甘油酯溶液用ICP-AES法在选定实验条件下进行测定,实验结果如表4、表5所示。

由表4、表5可见,由于在生产松香甘油酯的过程中添加了Zn作为催化剂^[10,11],所以Zn含量最高,Fe和Al次之,Cu、Pb、Ni含量最低。

2.4 加标回收与精密度实验

对工业松香甘油酯样品中的杂质元素进行了回收率与精密度实验,结果如表6所示。

由表6可见,各杂质金属元素回收率为90.81%~102.92%,相对标准偏差均小于1.05%,测定具有较高的准确度。

3 结论

通过实验建立了测定松香甘油酯中Fe、Al、Zn、Cu、Pb、Ni的ICP-AES法,确定了最佳测定条件为:雾化器流量为0.70L/min,试样提升量2.00mL/min,辅助气流量0.20L/min,等离子体流量15L/min。Fe、Al、Zn、Cu、Pb、Ni的检出限为0.0002~0.006mg/L,回收率为90.81%~102.92%,相对标准偏差均小于

1.05%。采用干法灰化并用ICP-AES法测定松香甘油酯中的金属离子具有省时、省力、环境污染小、精密度较高,完全能满足松香甘油酯中Fe、Al、Zn、Cu、Pb、Ni离子含量的检测需要,具有实际应用意义。

参考文献:

- [1]程芝.天然树脂加工工艺学[M].北京:林产工业出版社,1996.260.
- [2]任天瑞,李永红编.松香化学及其应用[M].北京:化学工业出版社,2006.223.
- [3]陈炳旭.松香甘油酯获准用于畜禽脱毛处理[J].肉类工业,2006,300(4):36.
- [4]王在贵,李睿,王云生,等.安徽省不同品种茶叶中微量元素含量分析[J].食品工业科技,2007,28(6):198~199.
- [5]朱志仁,王凯,潘英明,等.桂花种子皮黑色素还原性、金属整合性及其金属含量的研究[J].食品工业科技,2007,28(1):179~180.
- [6]朱敏,俞浩敏.决明茶中金属离子含量的测定[J].食品工业科技,2006,27(7):175~176.
- [7]GB10287-1988.食品添加剂.松香甘油酯和氢化松香甘油酯[S].
- [8]GB/T5009.74-2003.食品添加剂中重金属限量试验[S].
- [9]陈佩玲,梁荣英,刘崇华,等.ICP-AES法测定松香中Fe、Pb、Cu、Zn、Al[J].光谱实验室,1998,15(6):80~82.
- [10]韦小杰,陈小鹏,王琳琳,等.氢化松香甘油酯的合成反应研究[J].林产化工通讯,2003,36(6):3~6.
- [11]高宏,宋谦谦,王振洪,等.高稳定浅色松香甘油酯的制备[J].林产化工通讯,2005,39(5):1~4.